

Inhalt

1	Hintergrund	9
1.1	Motivation	9
1.2	Toxizität und Verbot	9
1.3	PCB – Definition und Historie	9
2	Stand der PCB-Analytik	10
3	Ziel des Projektes	11
3.1	Referenzverfahren und Referenzmaterialien	11
3.2	Normung	12
4	Arbeitsplan	12
5	Herstellung der Referenzmaterialien	13
5.1	Ausgangsmaterialien	13
5.2	Siebfraktionierung	14
5.3	Mahlung	14
5.4	Stabilität der PCB-Gehalte während Probenvorbereitung und Analytik	16
5.5	Konfektionierung und Lagerung	17
6	Analytik	19
6.1	Allgemeines und Qualitätssicherung	19
6.2	Quantifizierung ausgewählter PCB-Kongenerne	19
6.3	Chromatographische Trennung	19
6.4	Elektroneneinfangdetektion	19
6.5	Massenselektive Detektion	22
6.6	Identifikation der Kongenerne und manuelle Integration	22
6.7	Extraktion	23
6.8	Validierung des Referenzverfahrens zur Quantifizierung der PCB	26
6.8.1	„Robustheit“	26
6.8.2	Nachweisgrenze	26
6.8.3	Unsicherheitsbudget	26
6.8.4	Rückführbarkeit	29
7	Charakterisierung der Referenzmaterialien	30
7.1	Allgemeines und Qualitätssicherung	30
7.2	Homogenität der PCB-Gehalte	30
7.3	Stabilität der PCB-Gehalte	32
7.4	PCB-Muster	32
7.5	Matrixcharakterisierung	32

8	Ringversuche	33
8.1	Allgemeines	33
8.2	1. Ringversuch „PCB in Kabeln“	33
8.2.1	Organisation des 1. Ringversuches	33
8.2.2	Auswertung des 1. Ringversuches	34
8.2.3	Schlussfolgerungen für das weitere Vorgehen	35
8.3	2. Ringversuch „PCB in Kabeln“	35
9	Referenzverfahren und Normung	38
9.1	Referenzverfahren für die Bestimmung von PCB in Kabelgranulaten	38
9.2	Internationale Normung	40
	Literatur	41
	Abkürzungen	42
	Anhang A, Materialien	43
A.1	Statistische Homogenisierung und Konfektionierung	43
A.2	Homogenitätsstudien	45
A.3	Stabilitätsstudien	62
	Anhang B, Geräte und Methoden	64
B.1	Methodenentwicklung	64
B.2	Verwendete Geräte und Materialien	72
B.3	Kalibrierstandards	73
B.4	Unsicherheitsbudget	73
	Anhang C, Ringversuchsergebnisse	77
C.1	Zusammenfassung der Ergebnisse des 1. Ringversuches	77
C.2	Methodenbeschreibung für den 2. Ringversuch „PCB in Kabeln“	80
C.3	Dateneingabe Maske (2. Ringversuch)	82
C.4	Formblatt zur Angabe der Geräteparameter und Messbedingungen	83
C.5	Ergebnisse des 2. Ringversuches „PCB in Kabeln“	85
C.6	Unsicherheit der Konsensuswerte für Richtigkeit und Präzision	104
C.7	Beispiel für eine Anlage zur Teilnahmebestätigung vom 2. Ringversuch	107